

#353
Japan Patent Dept.

Publicized Report of Patent

No. 2003-12867
(P2003-12867A)
Date of publicizing: Jan. 15, 2003

Int. Cl.	Distinguishing No.	F1	Theme code (reference)
C 08 L 23/00		C 08 L 23/00	4J002
C 08 K 3/04		C 08 K 3/04	
	3/22	3/22	
	3/36	3/36	
	5/16	5/16	
C 08 K 5/51		C 08 K 5/51	
C 08 L 83/05		C 08 L 83/05	

Request for examination: pending
Number of requested claims: 7 OL

Application number: No. 2001-194561 (P2001-194561)
Application date: June 27, 2001

Applicant: Toray Dow Corning Silicon Co. Ltd.
1-3, 1-chome, Marunouchi, Chiyoda-ku, Tokyo

Inventor: Haruhiko Furukawa

Toray Dow Corning Silicon Co. Ltd., Research Development Main Office, 202,
Chidane Kaigan, Ichihara-shi, Chiba

Inventor: Koji Morita

Toray Dow Corning Silicon Co. Ltd., Research Development Main Office, 202,
Chidane Kaigan, Ichihara-shi, Chiba

Inventor: Koji Shiromoto

Toray Dow Corning Silicon Co. Ltd., Research Development Main Office, 202,
Chidane Kaigan, Ichihara-shi, Chiba

Inventor: Hiroshi Ueki

Toray Dow Corning Silicon Co. Ltd., Research Development Main Office, 202,
Chidane Kaigan, Ichihara-shi, Chiba

Detailed report

(Name of invention)
polyolefin based resin composition and manufacturing method of the same

Abstract

(Object)

This invention offers a polyolefin based resin composition with excellent flame resistance feature.

(Solution)

This invention consists of a polyolefin based resin composition which has the following characteristic: It consists of (A) polyolefin based resin (100 wt. parts), (B) metal hydroxide powder (10 to 200 wt. parts), (C) a mixture consisting of (C-1) liquid organo polysiloxane which contains at least one silicone atom bonded to a hydrogen atom in one molecule and (C-2) an inorganic powder other than metal hydroxide, (D) a white gold based catalyst {0.1 to 10,000 wt. parts of white gold base metal per 1,000,000 weight parts of the total weight of component (A) and component (B)}, and (E) at least one of the following compounds: organic phosphate, organic compound containing nitrogen, and expanded graphite (0.01 to 100 wt. parts). This invention includes a manufacturing method for the same.

1. Sphere of patent request

(Claim 1)

Claim 1 is concerning a polyolefin based resin composition which has the following characteristic: It consists of (A) polyolefin based resin (100 wt. parts), (B) metal hydroxide powder (10 to 200 wt. parts), (C) a mixture consisting of (C-1) liquid organo polysiloxane which contains at least one silicone atom bonded to a hydrogen atom in one molecule and (C-2) inorganic powder other than metal hydroxide, (D) a white gold based catalyst {0.1 to 10,000 wt. parts of white gold base metal per 1,000,000 weight parts of the total weight of component (A) and component (B)}, and (E) at least one of the following compound: organic phosphate, organic compounds containing nitrogen, and expanded graphite (0.01 to 100 wt. parts).

(Claim 2)

Claim 2 is concerning the polyolefin based resin composition in claim 1 where component (A) is polyethylene.

(Claim 3)

Claim 3 is concerning the polyolefin based resin composition in claim 1 where component (B) is magnesium hydroxide powder.

(Claim 4)

Claim 4 is concerning the polyolefin based resin composition in claim 1 where component (C-1) contains at least 0.001 wt. % of silicon atoms bonded to hydrogen atoms.

(Claim 5)

Claim 5 is concerning the polyolefin based resin composition in claim 1 where component (C-2) is a metal oxide powder.

(Claim 6)

Claim 6 is concerning the polyolefin based resin composition in claim 5 where component (C-2) is silica powder.

(Claim 7)

Claim 7 is concerning a manufacturing method for the polyolefin based resin composition in claim 1 where component (A), component (B), component (C), and component (E) are mixed at a temperature higher than the melting point of component (A).

Detailed explanation of the invention

[0001] This invention is concerning a polyolefin based resin composition and a manufacturing method for the same. In more detail, it is concerning a polyolefin based resin composition with excellent flame resistance and a manufacturing method for the same.

[0002]

(Prior art)

One widely used method to give flame resistance to polyolefin based resin such as polyethylene, polypropylene, ethylene - vinyl acetate co-polymer is combining a compound containing a halogen atom such as chlorine with the polyolefin based resin. However, this polyolefin based resin composition with halogen atoms produces large amounts of black smoke during burning. Not only that, it produces poisonous or corrosive gas. In the past, in order to solve these problems, a composition which combines fine silica powder with magnesium hydroxide powder and poly dimethyl siloxane oil in a polyolefin base resin has been suggested (refer to Japan patent No. 3-54236). However, this composition drips when burning, and its flame resistance is not sufficient. It is not satisfactory for many applications.

[0003]

(Problem that this invention tries to solve)

The inventors of this invention conducted thorough research in order to solve the above problems. As a result, it was found that flame resistance could be improved if a powder consisting of liquid polyorgano siloxane containing silicone atoms bonded to hydrogen atoms and inorganic powder and a white gold based catalyst are combined with a polyolefin resin containing magnesium hydroxide. This composition was suggested as a polyolefin based resin composition with excellent flame resistance (refer to Japan patent No. 2000-342776). After even more thorough examination, it was found that flame resistance could be remarkably improved when specific compounds were used. These findings led to this invention. That is, the object of this invention is to offer a polyolefin based resin composition with excellent flame resistance.

[0004]

(Steps for solution)

This invention is concerning a polyolefin based resin composition which has the following characteristic: It consists of (A) polyolefin based resin (100 wt. parts), (B) metal hydroxide powder (10 to 200 wt. parts), (C) a mixture consisting of (C-1) liquid

organo polysiloxane which contains at least one silicone atom bonded to a hydrogen atom in one molecule and (C-2) an inorganic powder other than metal hydroxide, (D) a white gold based catalyst {0.1 to 10,000 wt. parts of white gold base metal per 1,000,000 weight parts of the total weight of component (A) and component (B)}, and (E) at least one of the following compounds: organic phosphate, organic compounds containing nitrogen, and expanded graphite (0.01 to 100 wt. parts). In the manufacturing method for the polyolefin based resin composition in this invention, components (A) to (E) are mixed at a temperature higher than the melting point of component (A).

[0005]

(Examples of this invention)

The (A) polyolefin based resin is a single polymer of olefin, a co-polymer of two or more kinds of olefin, or a co-polymer of olefin and another vinyl based monomer. Specifically, there are polyethylene (PE), low density polyethylene (LDPE), medium density polyethylene, high density polyethylene (HDPE), ultra high molecular weight polyethylene (UHMPE), co-polymers of ethylene and propylene, α -olefin with 3 to 12 carbon atoms such as butene-1, pentene-1, hexene-1,4-methylpene-1, octene-1, decene-1; polypropylene (PP), co-polymers of α -olefin with 3 to 12 carbon atoms such as propylene and butene-1, pentene-1, hexene-1, 4-methylpentene-1, octene-1, decene-1; ethylene-propylene-diene copolymer; co-polymers with vinyl based monomers such as polymethyl pentene (MPX), ethylene and vinyl acetate, ethyl acrylate, methacrylic acid, ethyl methacrylate, maleic acid, maleic anhydride; co-polymers where the co-polymers of polyethylene or ethylene and α -olefin are denatured by unsaturated carbonic acid such as acrylic acid, maleic acid, or their derivatives; mixtures of two or more kinds of polyolefin based resins. Among these, polyethylene, ethylene-vinyl acetate co-polymer, and ethylene-ethyl acrylate co-polymer are suitable.

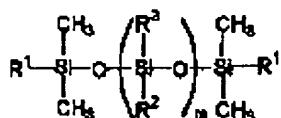
[0006] A (B) metal hydroxide powder with 150 to 450°C decomposition starting temperature is preferred. As component (B), there are magnesium hydroxide powder, aluminum hydroxide powder, products made by treating the surface of these powders with agents such as silane coupling agents, titanium coupling agents, higher fatty acids, etc. Among these, magnesium hydroxide powder is preferred. To improve dispersion in component (A) and not make it harder to mold, the average particle diameter of component (B) should be 0.01 to 30 μm , preferably 0.05 to 10 μm .

[0007] If the amount of component (B) is too small, it is difficult to attain the desired flame resistance. On the other hand, if it is too much, mechanical strength is lowered. Therefore, it should be 10 to 200 wt. parts, preferably 30 to 150 wt. parts per 100 wt. parts of component (A).

[0008] Component (C) is necessary for adding flame resistance to this composition. Examples of component (C) with silicone atoms other than the silicone atoms bonded to hydrogen atoms in the (C-1) liquid organo polysiloxane include alkyl groups such as methyl groups, ethyl groups, propyl groups; alkenyl groups such as vinyl groups, allyl groups, butenyl groups; monohydric hydrogen carbide groups such as aryl groups such as phenyl groups, and tolyl groups. The molecular structure of component (C-1) is not restricted specifically. For instance, it can be a straight chain, branched chain, straight chain shape with a partial branch, ring shape, resin shape, etc.

[0009] Representative examples of component (C-1) include liquid organo siloxanes indicated by chemical formula (1).

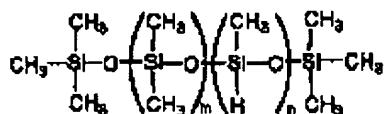
chemical formula (1)



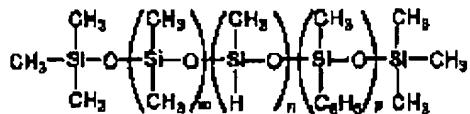
(In the above formula, R1 and R2 are monohydric hydrogen carbide groups or hydrogen atoms; at least R1 or R2 is a hydrogen atom. Suitable monohydric hydrogen carbide groups that make up R1 and R2 include alkyl groups such as methyl groups, ethyl groups, and propyl groups; allyl groups such as phenyl groups and tolyl groups; alkenyl groups such as vinyl groups and allyl groups. m is an integer ≥ 1 .)

[0010] Specific examples of liquid organo polysiloxane compounds are shown in the following chemical formulae (2), (3), (4), (5), (6), (7), and (8). Also, m, n, and p in these formulae are integers ≥ 1 .

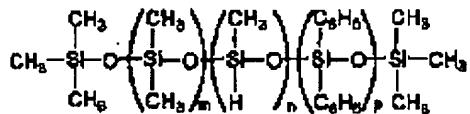
chemical formula 2



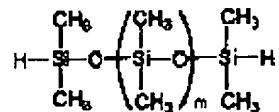
chemical formula 3



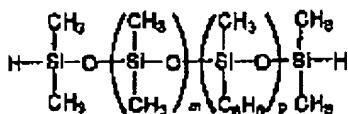
chemical formula 4



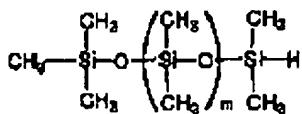
chemical formula 5



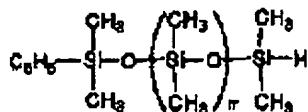
chemical formula 6



chemical formula 7



chemical formula 8



[0011] The amount of silicone atoms bonded to hydrogen atoms in component (C-1) should be at least 0.001 wt. %, more preferably 0.005 %. If the amount of silicone atoms bonded to hydrogen atoms is less than 0.001 wt. %, flame resistance of the composition of this invention is lowered. If the viscosity of component (C-2) at 25°C is too low, it will be evaporated and will be lost when mixing with component (C-2). On the other hand, if it is too high, it will be difficult to mix. Therefore, it should be in the range of 1 to 100,000,000 mPa·s, preferably 1 to 1,000,000 mPa·s, more preferably 5 to 1,000,000 mPa·s.

[0012] Suitable (C-2) inorganic powders include, for example, metal oxides such as silica, alumina, magnesia, iron oxide, titania, and zinc oxide; calcium carbonate, calcium silicate, barium sulfate, talc, mica, clay, boron nitride, iron sand, glass beads, glass flake, glass balloons, diatomaceous earth, and powders of various metals. Among these, metal oxide powder is most preferred. Among the metal oxide powders, silica powder is especially suitable. This silica powder may be, for example, dry method silica powder called smoke fog type silica, humed silica, etc; or dry method type silica powder called precipitation silica. The average particle diameter of component (C-2) should be less than 100 µm, more preferably less than 10 µm. If component (C-2) is silica powder, it is preferred that its relative surface area by the BET method is at least 50 m²/g, more preferably 100 m²/g or higher.

[0013] The amount of component (C-2) should be 50 to 250 wt. parts per 100 wt. parts of component (C-1). More preferably, it is 50 to 200 wt. parts, even more preferably 75 to 150 wt. parts.

[0014] Component (C) can be easily manufactured by mixing component (C-1) such as the above with component (C-2). A mixer which is capable of high speed shearing is preferred. For example, there are Henschell mixers, flow jet mixers, etc. A powder of component (C) is manufactured by these processes. Its average particle diameter should be 0.1 to 500 µm.

[0015] The amount of component (C) is 0.01 to 50 wt. parts per 100 wt. parts of component (A). Preferably, it is 0.5 to 25 wt. parts, more preferably 1.0 to 20 wt. parts. If the amount of component (C) is less than 0.01 wt. part, it is impossible to give sufficient flame resistance to the polyolefin based resin composition. On the other hand, if it exceeds 50 wt. parts, the mechanical strength of the polyolefin based resin composition is lowered.

[0016] The (D) white gold based catalyst may be, for example, fine white gold powder, white gold acid hydroxide, alcohol denatured white gold acid chloride, white gold diketone complex, white gold olefin complex, complex of white gold acid chloride or white gold and dialkenyl tetra alkyl disiloxane, and fine white gold powder in a powder type carrier such as alumina, silica, or carbon black. Among these, a complex of white gold acid chloride or white gold and dialkenyl tetra alkyl disiloxane is good. The complex of white gold acid chloride and 1,3-divinyl tetramethyl disiloxane in Japan patent No. S 42-22924, the complex of white gold acid chloride and 1,3-divinyl tetramethyl disiloxane or the complex of white gold and 1,3-divinyl tetramethyl

disiloxane in Japan patent No. S 46-28795, No. S 46-29731, No. S 47-23679 are especially good. The white gold complex should be used by diluting it with liquid methyl vinyl polysiloxane.

[0017] The amount of component (D) is 0.1 to 10,000 wt. parts of white gold base metal per 1,000,000 wt. parts of the total weight of component (A) and (B). Preferably, it is 1 to 5,000 wt. parts, more preferably 5 to 1,000 wt. parts. If the amount of component (D) is less than 0.1 wt. part, it is impossible to give sufficient flame resistance to the polyolefin based resin composition. On the other hand, if it exceeds 10,000 wt. parts, electrical insulation may be lowered or appearance may become inferior.

[0018] Component (E) is a characteristic of this composition. By using it with component (C) and component (D) above, it works to improve the flame resistance of the composition of this invention. Component (E) is at least one of the following compounds: organic phosphate, organic compounds containing nitrogen, and expanded graphite.

[0019] Suitable examples of the organic phosphoric acid compound include, for example, ester phosphate, ammonium polyphosphate, amide polyphosphate, etc. Suitable ester phosphates include triesters or diesters of phosphoric acid or phosphorous acid, or ester polyphosphate. More specifically, there are triphenyl phosphate, tricresyl phosphate, cresyl diphenyl phosphate, diphenyl phosphite, phenyl cresyl phosphite, triphenyl phosphin, tricresyl phosphin, polyphenyl-m-phenylene polyphosphate, polyphenyl phosphonate, and alkyl group substitution body of these. In addition, to reinforce the flame resistance of the organic phosphorus compound, it is possible to use polyhydric alcohols such as penta erythritol, dipenta erythritol, glucose, mannitol, cellulose, grape sugar, glycerin, polyethylene glycol.

[0020] The organic compound containing nitrogen should be an organic nitrogen compound with a carbon - nitrogen bond. For example, there are melamine; methylol melamine, cured products of methylol melamine, denatured melamine cured products which are cured by phenol or alcohol, melamine phosphate, melamine polyphosphate, melamine derivatives such as melamine sulfate; melamine cyanurate; cyanurate derivates or isocyanurate derivatives such as triallyl cyanurate, triallyl isocyanurate, trimeta allyl isocyanurate; guanidine derivatives such as guanidine sulfaminic acid, guanidine phosphate, guanyl urea phosphate; urea, etc.

[0021] Expanded graphite works to block heat by expanding during burning to improve flame resistance. Conventional expanded graphite products can be used. However, the expansion (expansion capacity per 1 g) should be 50 to 300 cc/g. As for its particle diameter, a product where 50 wt% passes through 80 mesh is good.

[0022] The amount of component (E) should be 0.01 to 100 wt. parts per 100 wt. parts of component (A). It should be 0.11 to 75 wt. parts, more preferably 1 to 50 wt. parts. If the amount of component (E) is less than 0.01 wt. part, it is impossible to attain sufficient flame resistance. On the other hand, if it exceeds 100 wt. parts, electrical insulation may be lowered or appearance may become inferior.

[0023] The composition of this invention consists of the component (A) to (E) above. In addition to these components, if necessary, it is possible to combine various conventional additives for polyolefin based resin such as antioxidants, lubricants, organic pigments, inorganic pigments, coloring agents, UV absorbing agents, heat stabilizers, photo

stabilizers, dispersing agents, mold resistance agents, or static resistance agents as long as they will not damage the object of this invention.

[0024] The composition of this invention can be manufactured easily by mixing the above components (A) to (E) uniformly while heating. The mixing temperature should be above the melting point of component (A). For example, if component (A) is an amorphous polyolefin based resin, the process temperature should be at least 100°C higher than the glass transition point and also lower than its decomposition temperature. Also, when component (A) is a crystalline polyolefin bases resin, the process temperature should be approximately 30°C higher than its melting point and also lower than its decomposition temperature.

[0025] Components (A) to (E) can be combined as follows. First, there is method where component (A) and component (B) are mixed while heating. After that, component (C), component (D), and component (E) are added and uniformly mixed. There is another method where component (A) and component (C) are mixed while heating beforehand and used as a master batch. Component (B), component (D), and component (E) are added to this master batch and mixed. In the manufacturing method of this invention, the kneading time at temperature depends on the type of device or driving conditions.

However, 1 to 5 minutes should be enough when a continuous kneading device is used.

[0026] The manufacturing equipment used in this invention may be, for example, continuous method mixing devices such as a Banbury mixer, kneader mixer, two-piece roll mill, or two-axis extruder. Among these, because of its high kneading workability and kneading efficiency, a continuous mixing machine such as two-axis extruder is preferred.

[0027] With the composition of this invention as described above, resin drops during burning are small, and it has excellent flame resistance. It is suitable for applications which demands such characteristic, for example, electric wire, cable, or coating for wire harnesses for automobiles.

[0028]

Examples of practice

In the following, this invention is going to be explained in detail using examples of practice. In these examples of practice, the viscosity is measured at 25°C, and Me is a methyl group. Also, the kind (chemical formula) of liquid organo polysiloxane which is the (C-1) component used in the examples of practice and examples of reference, the characteristic (amount of silicone atoms bonded to hydrogen atoms, viscosity) are indicated in table 1. The kind of silica powder which is the (C-2) component, characteristic (BET method relative surface area), and product name are shown in table 2. The kind of organic phosphorus compound which is component (E), the compound containing nitrogen, and expanded graphite, compound name, and product name are shown in table 3.

[0029]

table 1

kind and characteristic of liquid organo polysiloxane

abbreviation	kind (chemical)	amount of silicone	viscosity (mPa·s)
--------------	-----------------	--------------------	-------------------

	formula)	atoms bonded to hydrogen atoms (wt. %)	
C1-1	HMe2SiO (Me2SiO) ₆₀ SiMe2H	0.044	60
C1-2	Me3SiO (Me2SiO)540 (MeHSiO) 10SiMe3	0.025	3,200
C1-3	HMe2(SiO (Me2SiO) ₁₇₀₀ SiMe2H	0.002	1,000,000
C1-4	HM2SiO (MeHSiO)50SiMe2H	1.67	19

[0030]

table 2

kind and characteristics of silica powder

Abbreviation	kind	PET method relative surface area (m ² /g)	product name
C2-1	dry method silica	200	Aerozyl 200 manufactured by Nippon Aerozyl
C202	surface treated dry method silica	160	RDX200 manufactured by Nippon Aerozyl

[0031]

table 3

organic phosphorus compound, compound containing nitrogen, and expanded graphite

abbreviation	Kind	compound name	product name, characteristic
E1	organic phosphorus compound	polyphenyl-m-phenylene polyphosphate	Adecastub PFR manufactured by Asahi Denka
E2	organic phosphorus compound	tris (di-t-butyl phenyl) phosphite	Adecastub 2112 manufactured by Asahi Denka
E3	organic phosphorus compound	amide polyphosphate	Taikon S manufactured by Taihei Kagaku Sangyo
E4	organic compound containing nitrogen	melamine cyanurate	MC-600 manufactured by Nissan Kagaku Kogyo (average particle diameter:

			1.4 μ)
E5	organic compound containing nitrogen	melamine polyphosphate	APP-A manufactured by Sanwa Chemical
E6	organic compound containing nitrogen	guanidine phosphate	Abinon 302 manufactured by Sanwa Chemical
E7	expanded graphite		80 LTE manufactured by Sumikin Chemical (80 mesh ON product; less than 80 %)

[0032] Burning test was done by the following method.

Burning test

The burning test followed UL 94. That is, the polyolefin based resin composition was compressed and molded at 220°C to make samples 100 mm long x 20 mm wide x 1.5 mm thick. One end of this sample piece was fixed in the horizontal direction to a stand that was placed perpendicular to the ground using a clamp. The bottom of the other end of the sample was placed in a regulated methane flame (70mm) for 10 seconds and released. The time (seconds) from that moment until the sample piece was extinguished was measured. The burning distance (mm) was measured. The extent of resin dripping was also observed.

[0033]

Examples of reference 1 to 4

A 150 mL dental mixer was used to mix the liquid organo polysiloxane indicated in table 1 (C1-1 to C1-4) and silica powder (C2-1) to (C2-2) in the ratios shown in table 4 below, and they were stirred for 5 minutes, and mixtures (C3-1) to (C3-4) were manufactured. The appearance of these mixtures (C3-1) to (C3-4) is indicated in table 4 below.

[0034]

table 4

	ex. of reference 1 (C-1)	ex. of reference 2 (C3-2)	ex. of reference 3 (C3-3)	ex. of reference 4 (C3-4)
composition				
liquid organo polysiloxane (C1-1) (part)	50			
liquid organo polysiloxane (C1-2) (part)		50	80	

liquid organo polysiloxane (C1-3) (part)				50
silica powder (C2-1)	50	50		50
silica powder (C2-2)			20	
Appearance	powder	powder	paste	powder

[0035]

Examples of practice 1 to 8, example of comparison 1

Linear low density polyethylene resin (product name Sumicasen GA701 manufactured by Sumitomo Kagaku Kogyo) (will be called LIDPE resin) was melted at 220°C in a labo plast mill (manufactured by Toyo Seiki Seisakusho). Next, magnesium hydroxide powder (product name Kismer 5A manufactured by Kyowa Kagaku Kogyo) with 0.8 µm average particle diameter was tossed in, and they were kneaded until they were dispersed uniformly. Next, mixtures (C3-1) to (C3-4) manufactured in examples of reference 1 to 4 were added and mixed. At last, a vinyl end polydimethyl siloxane solution of white gold -1,3-divinyl tetramethyl disiloxane complex (white gold amount: 0.5 wt. %) (called white cold complex catalyst) was added, and they were mixed for 5 minutes at 220°C, and the LIDPE resins in examples of practice 1 to 8 were acquired. In examples of practice 2, 4, and 8, in addition to component (E), pentaerythritol (polyhydric alcohol) was added. The amount of each component of these LIDPE resins is shown in table 5 and table 6. The flame resistance of these LIDPE compositions was measured. The results are shown in table 5 and table 6.

[0036]

table 5

	ex. of practice 1	ex. of practice 2	ex. of practice 3	ex. of practice 4	ex. of practice 5
composition					
component (A)					
LDPE resin (part)	100	100	100	100	100
component (B)					
magnesium hydroxide powder (part)	75	75	75	75	75
component (C)					
mixture (C3-1) (part)	10				
mixture (C3-2) (part)		10			10
mixture (C3-3) (part)			10		

mixture (C3-4) (part)				10	
component (D)					
white gold complex catalyst (part)	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
component (E)					
organic phosphoric acid compound (E1) (part)	5	5	5		
organic phosphoric acid compound (E2) (part)					10
organic phosphoric acid compound (E3) (part)					
organic compound containing nitrogen (E4) (part)				5	
organic compound containing nitrogen (E5) (part)	5	5	5	5	
organic compound containing nitrogen (E6) (part)					
expanded graphite (E7) (part)	5	5	5	5	
penta erythritol		2		2	
flame resistance					
burning time	82	66	99	88	85

(second)					
burning distance (mm)	15	15	20	15	25
resin dripping	none	none	none	none	yes

[0037]

table 6

	ex. of practice 6	ex. of practice 7	ex. of practice 8	ex. of comparison 1
<u>Composition</u>				
component (A)				
LDPE resin (part)	100	100	100	100
<u>component (B)</u>				
magnesium hydroxide powder (part)	75	75	75	75
<u>component (C)</u>				
mixture (C3-1) (part)				
mixture (C3-2) (part)	10	10	10	10
mixture (C3-3) (part)				
mixture (C3-4) (part)				
<u>component (D)</u>				
white gold complex catalyst (part)	0.4	0.4	0.4	0.4
<u>component (E)</u>				
organic phosphoric acid compound (E1) (part)			5	
organic phosphoric acid compound				

(E2) (part)				
organic phosphoric acid compound (E3) (part)	10			
organic compound containing nitrogen (E4) (part)				
organic compound containing nitrogen (E5) (part)			5	
organic compound containing nitrogen (E6) (part)		10		
expanded graphite (E7) (part)	5	5	5	5
penta erythritol			2	
flame resistance feature				
burning time (second)	80	78	86	167
burning distance (mm)	25	20	20	35
resin dripping	yes	yes	no	yes

[0038]

(Effects of this invention)

The polyolefin resin composition of this invention has excellent flame resistance.

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2003-12867

(P2003-12867A)

(43)公開日 平成15年1月15日 (2003.1.15)

(51)Int.Cl.⁷

識別記号

F I

テ-マコト(参考)

C 0 8 L 23/00

C 0 8 L 23/00

4 J 0 0 2

C 0 8 K 3/04

C 0 8 K 3/04

3/22

3/22

3/36

3/36

5/16

5/16

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 8 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号

特願2001-194561(P2001-194561)

(71)出願人 000110077

東レ・ダウコーニング・シリコーン株式会
社

東京都千代田区丸の内一丁目1番3号

(22)出願日

平成13年6月27日 (2001.6.27)

(72)発明者 古川 晴彦

千葉県市原市千種海岸2番2 東レ・ダウ
コーニング・シリコーン株式会社研究開発
本部内

(72)発明者 森田 好次

千葉県市原市千種海岸2番2 東レ・ダウ
コーニング・シリコーン株式会社研究開発
本部内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 ポリオレフィン系樹脂組成物およびその製造方法

(57)【要約】

【課題】 難燃性に優れたポリオレフィン系樹脂組成物
を提供する。

【解決手段】 (A) ポリオレフィン系樹脂 (100重量部)、(B) 金属水酸化物粉末 (10~200重量部)、(C) (C-1) 一分子中に1個以上のケイ素原子結合水素原子を含有する液状オルガノポリシロキサンと (C-2) 金属水酸化物以外の無機粉末からなる混合物 (0.01~50重量部)、(D) 白金系触媒

{ (A) 成分と (B) 成分の合計重量100万重量部に
対して白金系金属として0.1~10,000重量
部}、および (E) 有機リン酸化合物、含窒素有機化合物
および膨張黒鉛からなる群から選択される1種以上の
化合物 (0.01~100重量部) からなることを特徴
とする、ポリオレフィン系樹脂組成物、およびその製造
方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (A) ポリオレフィン系樹脂(100重量部)、(B) 金属水酸化物粉末(10~200重量部)、(C) (C-1) 一分子中に1個以上のケイ素原子結合水素原子を含有する液状オルガノポリシロキサンと(C-2) 金属水酸化物以外の無機粉末からなる混合物(0.01~50重量部)、(D) 白金系触媒{(A) 成分と(B) 成分の合計重量100万重量部に対して白金系金属として0.1~10,000重量部}、および(E) 有機リン酸化合物、含窒素有機化合物および膨張黒鉛からなる群から選択される1種以上の化合物(0.01~100重量部)からなることを特徴とする、ポリオレフィン系樹脂組成物。

【請求項2】 (A) 成分がポリエチレンである請求項1記載のポリオレフィン系樹脂組成物。

【請求項3】 (B) 成分が水酸化マグネシウム粉末である請求項1記載のポリオレフィン系樹脂組成物。

【請求項4】 (C-1) 成分がケイ素原子結合水素原子を0.001重量%以上含有するものである請求項1記載のポリオレフィン系樹脂組成物。

【請求項5】 (C-2) 成分が金属酸化物粉末である請求項1記載のポリオレフィン系樹脂組成物。

【請求項6】 (C-2) 成分がシリカ粉末である請求項5に記載のポリオレフィン系樹脂組成物。

【請求項7】 (A) 成分、(B) 成分、(C) 成分、および(E) 成分を(A) 成分の融点以上の温度で混合することを特徴とする請求項1記載のポリオレフィン系樹脂組成物の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明はポリオレフィン系樹脂組成物およびその製造方法に関し、詳しくは、難燃性に優れたポリオレフィン系樹脂組成物およびその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】ポリエチレン、ポリプロピレン、エチレーニー酢酸ビニル共重合体等のポリオレフィン系樹脂に難燃性を付与する方法としては、塩素原子に代表されるハロゲン原子を含有する化合物をポリオレフィン系樹脂に配合する方法が採用されてきた。ところが、この種のハロゲン原子含有化合物を配合したポリオレフィン系樹脂組成物は、燃焼時に大量の黒煙を発生する上に人体に有害なガスあるいは金属類を腐食するガスを発生するという問題点があった。従来、かかる問題点を解消するために、ポリオレフィン系樹脂に水酸化マグネシウム粉末とポリジメチルシロキサンオイルを担持したシリカ微粉末を配合した組成物が提案されている(特開3-54236号公報参照)。しかしこの組成物は、燃焼時の樹脂垂れ(ドリッピング)を起し易く、難燃性が不十分であり、用途によっては充分に満足できるものではなかつ

た。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】本発明者らは上記問題点を解消するために検討した結果、水酸化マグネシウム粉末を配合したポリオレフィン樹脂に、ケイ素原子結合水素原子含有液状オルガノシロキサンと無機粉末からなる粉状物、白金系触媒を配合すれば、その難燃性が向上することを見出し、この組成物を難燃性に優れたポリオレフィン系樹脂組成物として提案したが(特願平2000-342776号参照)、さらに、鋭意検討した結果、この組成物に、特定の化合物を配合すれば、その難燃性が著しく向上することを見出し本発明に到達した。即ち、本発明の目的は難燃性に優れた難燃性ポリオレフィン系樹脂組成物を提供することにある。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明は、「(A) ポリオレフィン系樹脂(100重量部)、(B) 金属水酸化物粉末(10~200重量部)、(C) (C-1) 一分子中に1個以上のケイ素原子結合水素原子を含有する液状オルガノポリシロキサンと(C-2) 金属水酸化物以外の無機粉末からなる混合物(0.01~50重量部)、(D) 白金系触媒{(A) 成分と(B) 成分の合計重量100万重量部に対して白金系金属として0.1~10,000重量部}、および(E) 有機リン酸化合物、含窒素有機化合物および膨張黒鉛からなる群から選択される1種以上の化合物(0.01~100重量部)からなることを特徴とする、ポリオレフィン系樹脂組成物。前記(A) 成分~(E) 成分を(A) 成分の融点以上の温度で混合することを特徴とするポリオレフィン系樹脂組成物の製造方法。」に関する。

【0005】

【発明の実施の形態】これを説明するに、(A) ポリオレフィン系樹脂は、オレフィンの単独重合体、2種以上のオレフィンの共重合体、オレフィンとその他のビニル系モノマーとの共重合体である。具体的には、ポリエチレン(P E)、低密度ポリエチレン(L D P E)、中密度ポリエチレン、高密度ポリエチレン(H D P E)、超高分子量ポリエチレン(U H M P E)、エチレンとプロピレン、ブテン-1、ペンテノン-1、ヘキセン-1、4-メチルペンテノン-1、オクテン-1、デセノン-1等の炭素数3~12の α -オレフィンとの共重合体；ポリプロピレン(P P)、プロピレンとブテン-1、ペンテノン-1、ヘキセン-1、4-メチルペンテノン-1、オクテン-1、デセノン-1等の炭素数3~12の α -オレフィンとの共重合体；エチレン-プロピレン-ジエン共重合体；ポリメチルペンテノン(M P X)、エチレンと酢酸ビニル、アクリル酸エチル、メタクリル酸、メタクリル酸エチル、マレイン酸、無水マレイン酸等のビニル系モノマーとの共重合体；前記ポリエチレンもしくはエチレンと α -オレフィンとの共重合体をアクリル酸、マレイン酸

等の不飽和カルボン酸またはその誘導体で変性された共重合体；上記したポリオレフィン系樹脂2種以上の混合物が例示される。これらの中でも、ポリエチレン、エチレン-酢酸ビニル共重合体、エチレン-アクリル酸エチル共重合体が好適である。

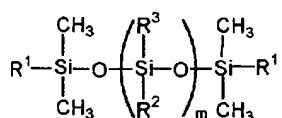
【0006】(B) 金属水酸化物粉末は、その分解開始温度が150～450℃であるものが好ましい。(B)成分としては、水酸化マグネシウム粉末、水酸化アルミニウム粉末、これらの表面をシランカップリング剤、チタンカップリング剤、高級脂肪酸等の処理剤により処理したものが例示される。これらの中でも、水酸化マグネシウム粉末が好ましい。また、(B)成分の平均粒径は、(A)成分への分散性を向上させ、その成形加工性を低下させないことから、好ましくは0.01～30μmであり、より好ましくは0.05～10μmである。

【0007】(B)成分の配合量は、少なすぎると本発明組成物に難燃性を付与することが難しくなり、多すぎると機械的強度が低下するので、(A)成分100重量部に対して10～200重量部であり、好ましくは30～150重量部である。

【0008】(C)成分は、本組成物に難燃性を付与するために必須とされる成分である。この(C)成分を構成する(C-1)一分子中に1個以上のケイ素原子結合水素原子を含有する液状オルガノポリシロキサンのケイ素原子結合水素原子以外のケイ素原子に結合している基としては、メチル基、エチル基、プロピル基等のアルキル基；ビニル基、アリル基、ブテニル基等のアルケニル基；フェニル基、トリル基等のアリール基等の一価炭化水素基が例示される。(C-1)成分の分子構造は特に限定されず、例えば、直鎖状、分岐鎖状、一部分岐を有する直鎖状、環状、樹脂状が挙げられる。

【0009】かかる(C-1)成分の代表例としては、下記【化1】で示される液状オルガノポリシロキサンが挙げられる。

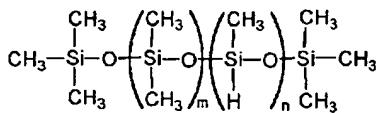
【化1】



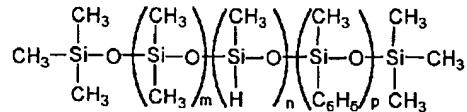
(式中、R¹、R²は一価炭化水素基または水素原子であり、R¹およびR²の内、少なくとも1つは水素原子である。R¹、R²の一価炭化水素基としては、メチル基、エチル基、プロピル基等のアルキル基；フェニル基、トリル基等のアリール基；ビニル基、アリル基等のアルケニル基が例示される。mは1以上の整数である。)

【0010】かかる液状オルガノポリシロキサンの具体例としては、下記【化2】、【化3】、【化4】、【化5】、【化6】、【化7】、【化8】で示される化合物が挙げられる。なお、これらの式中のm、n、pは1以上の整数である。

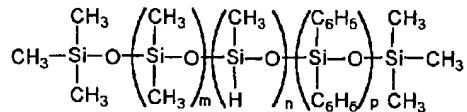
【化2】



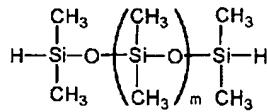
【化3】



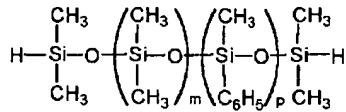
【化4】



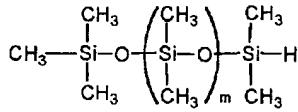
【化5】



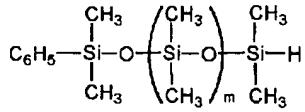
【化6】



【化7】



【化8】



【0011】(C-1)成分中のケイ素原子結合水素原子の含有量は、0.001重量%以上であることが好ましく、0.005重量%以上であることがより好ましい。これは、ケイ素原子結合水素原子の含有量が0.01重量%未満になると、本発明組成物の難燃性が低下するからである。また、(C-1)成分の25℃における粘度は、低すぎると(C-2)成分と混合する際に揮発して失われる恐れがあり、高すぎると配合性が低下するので、1～100,000,000 mPa·sであり、好ましくは1～1,000,000 mPa·sであり、さらに好ましくは5～1,000,000 mPa·sである。

【0012】(C-2)無機粉末としては、シリカ、アルミナ、マグネシア、酸化鉄、チタニア、酸化亜鉛等の金属酸化物；炭酸カルシウム、珪酸カルシウム、硫酸バ

リウム、タルク、マイカ、クレイ、窒化ホウ素、砂鉄、ガラスビーズ、ガラスフレーク、ガラスバルーン、けいそう土、各種金属からなる粉末が例示される。これらの中でも金属酸化物粉末が好ましい。これらの金属酸化物粉末の中でも、特にシリカ粉末が好ましい。このシリカ粉末としては、煙霧質シリカ、ヒュームドシリカ等と呼称されている乾式法シリカ粉末、沈殿シリカ等と呼称されている湿式法シリカ粉末が例示される。(C-2) 成分の平均粒子径は、好ましくは $100\text{ }\mu\text{m}$ 以下であり、より好ましくは $10\text{ }\mu\text{m}$ 以下である。(C-2) 成分がシリカ粉末である場合には、そのBET法比表面積が $50\text{ m}^2/\text{g}$ 以上であることが好ましく、 $100\text{ m}^2/\text{g}$ 以上であることがより好ましい。

【0013】(C-2) 成分の配合量は、(C-1) 成分 100 重量部に対して $50\sim250$ 重量部であることが好ましく、 $50\sim200$ 重量部であることがさらに好ましく、 $75\sim150$ 重量部であることが特に好ましい。

【0014】(C) 成分は、上記のような(C-1) 成分と(C-2) 成分を混合することにより容易に製造される。この際使用する混合装置は高速せん断が可能なミキサーであることが好ましく、例えば、ヘンシェルミキサー、フロージェットミキサーが挙げられる。このようにして製造された(C) 成分は粉末状であり、その平均粒径が $0.1\sim500\text{ }\mu\text{m}$ であることが好ましい。

【0015】(C) 成分の配合量は、(A) 成分 100 重量部に対して $0.01\sim50$ 重量部であり、好ましくは $0.5\sim25$ 重量部であり、さらに好ましくは $1.0\sim20$ 重量部である。これは、(C) 成分の配合量が 0.01 重量部未満になると、ポリオレフィン系樹脂組成物に十分な難燃性を付与することができなくなり、一方、 50 重量部を超えると、ポリオレフィン系樹脂組成物の機械的強度が低下するからである。

【0016】(D) 白金系触媒としては、白金微粉末、塩化白金酸、アルコール変性塩化白金酸、白金ジケトン錯体、白金オレフィン錯体、塩化白金酸もしくは白金とジアルケニルテトラアルキルジシロキサンの錯体、および白金微粉末をアルミナ、シリカ、カーボンブラックなどの粉末状担体に担持させたものが例示される。これらの中でも塩化白金酸または白金とジアルケニルテトラアルキルジシロキサンの錯体が好ましく、特に特公昭42-22924号公報に開示されている塩化白金酸と1,3-ジビニルテトラメチルジシロキサンとの錯体や、特公昭46-28795号公報や特公昭46-29731号公報、特公昭47-23679号公報に開示されている塩化白金酸と1,3-ジビニルテトラメチルジシロキサンの錯体や、白金と1,3-ジビニルテトラメチルジシロキサンの錯体が好ましい。このような白金錯体は、液状のメチルビニルポリシロキサンで希釈して使用することが好ましい。

【0017】(D) 成分の配合量は、(A) 成分と(B) 成分の合計重量 100 万重量部に対して白金系金属として $0.1\sim10,000$ 重量部であり、好ましくは $1\sim5,000$ 重量部であり、より好ましくは $5\sim1,000$ 重量部である。これは、(D) 成分の配合量が 0.1 重量部未満であると、ポリオレフィン系樹脂組成物に十分な難燃性を付与することができなくなるからであり、一方、 $10,000$ 重量部を超えると、電気絶縁性が低下したり、外観が不良となる恐れがあるからである。

【0018】(E) 成分は本組成物の特徴をなす成分であり、前記(C) 成分、(D) 成分と併用することにより、本発明組成物の難燃性を向上させる働きをする。かかる(E) 成分は、有機リン酸化合物、含窒素有機化合物、膨張性黒鉛からなる群から選択される1種以上の化合物である。

【0019】ここで、有機リン酸化合物としては、リン酸エステル、ポリリン酸アンモニウム、ポリリン酸アミド等が例示される。リン酸エステルとしては、リン酸もしくは亜リン酸のトリエステル、ジエステルもしくはポリリン酸エステルが例示され、さらに具体的には、リン酸トリフェニル、リン酸トリクリゲル、クレジルジフェニルfosfate、亜リン酸ジフェニル、亜リン酸フェニルクレジル、トリフェニルfosfate、トリクリジルfosfate、ポリフェニル-m-フェニレンポリfosfate、ポリフェニルfosphateおよびそのアルキル基置換体等が例示される。さらに、有機リン化合物の難燃性を補強する目的でペントエリスリトール、ジペントエリスリトール、グルコース、マンニトール、セルロース、ブドウ糖、グリセリン、ポリエチレングリコール等の多価アルコールを併用してもよい。

【0020】含窒素有機化合物は炭素-窒素結合を有する有機窒素化合物が好ましく、メラミン；メチロールメラミン、メチロールメラミンの硬化物、フェノールやアルコールで硬化した変性メラミン硬化物、リン酸メラミン、ポリリン酸メラミン、硫酸メラミン等のメラミン誘導体；シアヌル酸メラミン；トリアリルシアヌレート、トリアリルイソシアヌレート、トリメタアリルイソシアヌレート等のシアヌル酸誘導体やイソシアヌル誘導体；スルファミン酸グアニジン、リン酸グアニジン、リン酸グアニル尿素等のグアニジン誘導体；尿素等が例示される。

【0021】膨張黒鉛は、燃焼時に膨張することにより熱を遮断し、難燃性を向上させる働きをする。かかる膨張黒鉛としては、従来公知のものを用いることができるが、燃焼時に膨張度（膨張時の 1 g 当たりの容積）が $50\sim300\text{ cc/g}$ となるものが好ましい。また、その粒子径は、 $80\text{ メッシュON品が }50\text{ 重量\%の範囲のものが好ましい。}$

【0022】(E) 成分の配合量は(A) 成分 100 重

量部に対して、0.01～100重量部であることが必要であり、好ましくは0.11～7.5重量部であり、さらに好ましくは1～50重量部である。これは、(E)成分の配合量が0.01重量部未満であると、十分な難燃性を付与することができなくなり、一方、100重量部を超えると、本発明組成物の電気絶縁性が低下したり、本発明組成物からなる成形品の外観が不良となるからである。

【0023】本発明組成物は、上記(A)成分～(E)成分からなるが、これらの成分に加えて、必要に応じて、ポリオレフィン系樹脂に添加配合することが公知とされる各種添加剤、例えば、酸化防止剤、滑剤、有機顔料、無機顔料、着色剤、紫外線吸収剤、熱安定剤、光安定剤、分散剤、防カビ剤、帯電防止剤等を配合することは、本発明の目的を損なわない限り差支えない。

【0024】本発明組成物は、上記(A)成分～(E)成分を加熱下、均一に混合することにより容易に製造できる。加熱温度は(A)成分の融点以上であることが好ましい。加熱温度は、例えば、(A)成分が非晶性のポリオレフィン系樹脂である場合には、そのガラス転移点より約100°C以上高く、かつ、その分解温度より低いことが好ましい。また、(A)成分が結晶性のポリオレフィン系樹脂である場合は、その融点より約30°C以上高く、かつ、その分解温度より低いことが好ましい。

【0025】(A)成分～(E)成分の配合順序としては、まず、(A)成分と(B)成分を加熱下混合した後、その中に(C)成分、(D)成分および(E)成分を加えて均一に混合する方法、すみ、(A)成分と(C)成分を加熱下混合してマスター・バッチとし、これに(B)成分、(D)成分および(E)成分を加えて混

合する方法が例示される。本発明の組成物の製造方法において、このような加熱温度における混練時間は、装置の種類や運転条件等によって異なるが、例えば、連続式の混練装置を用いた場合には1～5分程度で十分である。

【0026】本発明組成物の製造方法において使用される製造装置としては、バンパリーミキサー、ニーダーミキサー、2本ロールミル、2軸押出機等の連続式混合装置が例示される。これらの中でも、混練作業性や混練効率が高いことから、2軸押出機等の連続混合機を用いることが好ましい。

【0027】以上のような本発明組成物は、燃焼に際して樹脂垂れが少なく、難燃性に優れているので、かかる特性の要求される用途、例えば、電線、ケーブルあるいは自動車用ワイヤーハーネスの被覆材として好適に使用される。

【0028】

【実施例】以下、本発明を実施例により詳細に説明する。実施例中、粘度は25°Cにおける値であり、Meはメチル基である。なお、実施例、および参考例で使用した(C-1)成分である液状オルガノポリシロキサンの種類(化学構造式)、特性(ケイ素原子結合水素原子含有量、粘度)を表1に示した。また、(C-2)成分であるシリカ粉末の種類、特性(BET法比表面積)、商品名を表2に示した。また、(E)成分である有機リン化合物、含窒素化合物および膨張黒鉛の種類、化合物名、商品名を表3に示した。

【0029】

【表1】液状オルガノポリシロキサンの種類と特性

略称	種類(化学構造式)	ケイ素原子結合水素原子含有量(重量%)	粘度(mPa·s)
C1-1	HMe ₂ SiO(Me ₂ SiO) ₆₀ SiMe ₂ H	0.044	60
C1-2	Me ₂ SiO(Me ₂ SiO) ₆₀ (MeHSiO) ₁₀ SiMe ₂	0.025	3,200
C1-3	HMe ₂ SiO(Me ₂ SiO) ₁₇₀ SiMe ₂ H	0.002	1,000,000
C1-4	HMe ₂ SiO(MeHSiO) ₆₀ SiMe ₂ H	【表2】1-67リカ粉末の種類と特性	

【0030】

略称	種類	BET法比表面積(m ² /g)	商品名
C2-1	乾式法シリカ	200	日本アエロジル(株)製、商品名:アエロジル200
C2-2	表面処理乾式法シリカ	160	日本アエロジル(株)製、商品名:RDX200

【0031】

の種類、化合物名、商品名

【表3】有機リン化合物、含窒素化合物および膨張黒鉛

略称	種類	化合物名	商品名、特性
E1	有機リン化合物	ボリフェニル-メーフェニル ボリオスマート	旭電化(株)製、 商品名:アカムツ PFR
E2	有機リン化合物	トリス(ジ-エーブチルフェニル) フォスマイト	旭電化(株)製、 商品名:アカムツ 2112
E3	有機リン化合物	ボリリン酸アミド	太平化学工業(株)製、 商品名:タイン S
E4	含窒素有機化合物	ノラジニアミート	日産化学工業(株)製、 商品名:NC-600 (平均粒子径、1.4 μm)
E5	含窒素有機化合物	ボリリン酸メラミン	三和ケミカル(株)製、 商品名:APP-A
E6	含窒素有機化合物	リン酸グアニジン	三和ケミカル(株)製、 商品名:アビノン 302
E7	膨張黒鉛		住金ケミカル(株)製、 商品名:80 LTE (80 メッシュ ON 品 80%未満)

【0032】難燃性試験は次に示す方法で行った。

○難燃性試験

UL 94に準じて測定した。即ち、ポリオレフィン系樹脂組成物を成形温度220℃にて圧縮成形し、長さ100mm×幅20mm×厚さ1.5mmの試験片を得た。この試験片の片末端を、地面に対して垂直方向に置かれたスタンドにクランプで水平方向に固定し、試験片のもう一方の片末端に下方からメタンガスを使用した規定の炎(70mm)を10秒間接炎して離し、その瞬間から試験片中の炎が消えるまでの時間(秒)を測定した。また、燃焼距離(mm)を測定した。また、合せて、樹脂

垂れ(ドリッピング)の有無を観察した。

【0033】

【参考例1～4】150mLのデンタルミキサーに、前記表1に示した液状オルガノポリシロキサン(C1-1)～(C1-4)とシリカ粉末(C2-1)～(C2-2)とを下記表4に示した配合比率で投入し5分間攪拌して混合物(C3-1)～(C3-4)を製造した。得られた混合物(C3-1)～(C3-4)の外観を下記表4に示した。

【0034】

【表4】

	参考例1 (C3-1)	参考例2 (C3-2)	参考例3 (C3-3)	参考例4 (C3-4)
組成				
液状オルガノポリシロキサン(C1-1) (部)	50			
液状オルガノポリシロキサン(C1-2) (部)		50		
液状オルガノポリシロキサン(C1-3) (部)	50		80	50
シリカ粉末(C2-1) (部)		50		50
シリカ粉末(C2-2) (部)			20	
外観	粉末状	粉末状	ペースト状	粉末状

【0035】

【実施例1～8、比較例1】ラボプラスミル(株式会社東洋精機製作所製)に、線状低密度ポリエチレン樹脂(住友化学工業株式会社製、商品名、スミカセンGA701)(以下、LIDPE樹脂)を投入し220℃で加熱溶融した。続いて、この中に平均粒径0.8μmの水酸化マグネシウム粉末(協和化学工業株式会社製、商品名キスマーフA)を投入して均一に分散するまで混練した。次に、この中に、参考例1～4で製造した混合物(C3-1)～(C3-4)を加えて混合し、最後に、白金-1、3-ジビニルテトラメチルジシロキサン錯体のビニル末端ポリジメチルシロキサン溶液(白金金属含有量0.5重量%)を添加した後、220℃で5分間混合した。次いで、前記表3に示した(E)成分を加えて、220℃にて5分間加熱混練して、実施例1～実施例8のLIDPE樹脂組成物を得た。なお、実施例2、実施例4、実施例8においては(E)成分に加えて多価アルコールとしてのペンタエリストールを加えた。これらのLIDPE樹脂組成物の各成分の配合量は表5および表6に示す通りであった。これらのLIDPE組成物の難燃性を測定した。これらの測定結果を表5～表6に示した。

有量0.5重量%) (以下、白金錯体触媒)を添加した後、220℃で5分間混合した。次いで、前記表3に示した(E)成分を加えて、220℃にて5分間加熱混練して、実施例1～実施例8のLIDPE樹脂組成物を得た。なお、実施例2、実施例4、実施例8においては(E)成分に加えて多価アルコールとしてのペンタエリストールを加えた。これらのLIDPE樹脂組成物の各成分の配合量は表5および表6に示す通りであった。これらのLIDPE組成物の難燃性を測定した。これらの測定結果を表5～表6に示した。

【0036】

【表5】

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5
<u>組成</u>					
(A)成分 LDPE樹脂 (部)	100	100	100	100	100
<u>(B)成分</u>					
水酸化マグネシウム粉末 (部)	75	75	75	75	75
<u>(C)成分</u>					
混合物(C3-1) (部)	10				
混合物(C3-2) (部)		10			
混合物(C3-3) (部)			10		
混合物(C3-4) (部)				10	
<u>(D)成分</u>					
白金錯体触媒 (部)	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
<u>(E)成分</u>					
有機ジン酸化合物(E1) (部)	5	5	5		
有機ジン酸化合物(E2) (部)					10
有機ジン酸化合物(E3) (部)					
含窒素有機化合物(E4) (部)				5	
含窒素有機化合物(E5) (部)	5	5	5	5	
含窒素有機化合物(E6) (部)					
膨張黒鉛(E7) (部)	5	5	5	5	
<u>難燃性</u>					
燃焼時間(秒)	82	66	99	88	85
燃焼距離(mm)	15	15	20	15	25
樹脂垂れ	なし	なし	なし	なし	あり

【0037】

【表6】

	実施例 6	実施例 7	実施例 8	比較例 1
<u>組成</u>				
(A)成分 LDPE樹脂 (部)	100	100	100	100
<u>(B)成分</u>				
水酸化マグネシウム粉末 (部)	75	75	75	75
<u>(C)成分</u>				
混合物(C3-1) (部)				
混合物(C3-2) (部)	10	10	10	10
混合物(C3-3) (部)				
混合物(C3-4) (部)				
<u>(D)成分</u>				
白金錯体触媒 (部)	0.4	0.4	0.4	0.4
<u>(E)成分</u>				
有機ジン酸化合物(E1) (部)			5	
有機ジン酸化合物(E2) (部)				
有機ジン酸化合物(E3) (部)	10			
含窒素有機化合物(E4) (部)			5	
含窒素有機化合物(E5) (部)				
含窒素有機化合物(E6) (部)		10		
膨張黒鉛(E7) (部)			2	
<u>難燃性</u>				
燃焼時間(秒)	80	78	86	167
燃焼距離(mm)	25	20	20	35
樹脂垂れ	あり	あり	なし	あり

【0038】

は、難燃性が優れているという特徴を有する。

【発明の効果】本発明のポリオレフィン系樹脂組成物

フロントページの続き

(51) Int. Cl. ⁷

C 0 8 K 5/51

C 0 8 L 83/05

識別記号

F I

テマコード (参考)

C 0 8 K 5/51

C 0 8 L 83/05

(72) 発明者 城本 幸志

千葉県市原市千種海岸 2 番 2 東レ・ダウ
コーニング・シリコーン株式会社研究開発
本部内

(72) 発明者 植木 浩

千葉県市原市千種海岸 2 番 2 東レ・ダウ
コーニング・シリコーン株式会社研究開発
本部内

F ターム(参考) 4J002 BB031 BB041 BB051 BB061

BB071 BB081 BB091 BB121

BB141 BB151 CP042 DA029

DA118 DE076 DE107 DE117

DE137 DE146 DE237 DF017

DG047 DH059 DJ007 DJ017

DJ037 DJ047 DJ057 DL007

EW049 EW129 EW139 FB086

FB096 FD13 GQ00 GQ01